

GLASS SUBSTRATE AND ITS PRODUCTION

Publication number: JP2001002451

Publication date: 2001-01-09

Inventor: ONODA MINORU; HIBINO KUNIO; OKUYAMA FUJIO;
ITO KENTA

Applicant: MATSUSHITA ELECTRIC IND CO LTD

Classification:

- **international:** **G11B5/84; C03C21/00; G11B5/84; C03C21/00;** (IPC1-7): C03C21/00; G11B5/84

- **European:** C03C21/00B

Application number: JP19990169483 19990616

Priority number(s): JP19990169483 19990616

[Report a data error here](#)

Abstract of JP2001002451

PROBLEM TO BE SOLVED: To obtain a base plate having high strength and excellent smoothness by press forming a glass material, which has been softened by heating, using a metallic mold having a couple of smooth pressing surfaces to obtain the base plate and then immersing the base plate into a treating liquid for chemically tempering. **SOLUTION:** When a glass material, which has been softened by heating, is press formed, a metallic mold having the smoothness such that the center line average surface roughness of each pressing surface is not more than 1 nm is used. The press formed glass base plate is immersed into a chemical tempering liquid obtained by melting potassium nitrate or the like at a temp. equal to or lower than the glass transition temp., e.g. at 350 to 450 deg.C for 0.5 to 20 h. Then the glass base plate is gradually cooled and subjected to acid treatment by dipping it into an acid treating liquid comprising an aqueous solution of sulfuric acid or phosphoric acid or a mixture containing these acids. The suitable temp. of the acid treating liquid is in the range of 40 deg.C to the glass transition temp. The dipping time depends on the kind of the acid treating liquids. For example, the suitable time is 1 min to 2 h when hot concentrated sulfuric acid of 150 to 200 deg.C is used as the acid treating liquid. After acid treating, the glass base plate is cleaned by using a cleaning agent and pure water and dried by solvent vapor drying or the like. The glass base plate thus obtained is preferably used as a substrate of an information recording disk.

Data supplied from the **esp@cenet** database - Worldwide

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公 開 特 許 公 報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2001-2451

(P2001-2451A)

(43) 公開日 平成13年1月9日 (2001.1.9)

(51) Int.Cl.⁷

識別記号

F I

テ-マコ-ト* (参考)

C 0 3 C 21/00

1 0 1

C 0 3 C 21/00

1 0 1

4 G 0 5 9

G 1 1 B 5/84

G 1 1 B 5/84

Z 5 D 1 1 2

審査請求 未請求 請求項の数10 O L (全 7 頁)

(21) 出願番号

特願平11-169483

(22) 出願日

平成11年6月16日 (1999.6.16)

(71) 出願人 000005821

松下電器産業株式会社

大阪府門真市大字門真1006番地

(72) 発明者 小野田 稔

大阪府門真市大字門真1006番地 松下電器
産業株式会社内

(72) 発明者 日比野 邦男

大阪府門真市大字門真1006番地 松下電器
産業株式会社内

(74) 代理人 100062144

弁理士 青山 葆 (外2名)

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 ガラス基板およびその製造方法

(57) 【要約】

【課題】 強度および平滑度の高いガラスを安定的に得ることができ、また、表面異物がなく、ヤケ等の変質が生じにくい高品質なガラス基板を得ることができるガラス基板の製造方法を提供する。。

【解決手段】 加熱軟化したガラス材料を、ディスク基板に対応する一対の平滑なプレス面を有する金型によって、加圧成形した後、成形したガラス基板を化学強化し、更に、必要に応じて化学強化したガラス基板表面を酸処理して、ガラス基板を製造する。

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 ガラス基板を製造する方法であって、

1) 加熱軟化したガラス材料を、1 対の平滑なプレス面を有する金型で加圧成形する工程、および

2) 加圧成形したガラス基板を、化学強化処理液に浸漬することにより化学強化する工程

を含むことを特徴とするガラス基板の製造方法。

【請求項 2】 金型のプレス面の中心線平均粗さが 1 nm 以下である請求項 1 に記載のガラス基板の製造方法。

【請求項 3】 化学強化の後にガラス基板を酸処理液に浸漬するとにより、化学強化したガラス基板の表面を酸処理する工程を更に含むことを特徴とする請求項 1 または請求項 2 に記載のガラス基板の製造方法。

【請求項 4】 酸処理する工程において、酸処理液の温度が、40℃以上であって、処理するガラス材料のガラス転移点よりも低い温度である請求項 3 に記載のガラス基板の製造方法。

【請求項 5】 酸処理液が、硫酸、リン酸水溶液、または硫酸とリン酸水溶液とを含む混合物である請求項 3 または請求項 4 に記載のガラス基板の製造方法。

【請求項 6】 ガラス基板が、情報記録ディスク用ガラス基板である請求項 1～5 のいずれか 1 項に記載のガラス基板製造方法。

【請求項 7】 ガラス基板が、磁気記録媒体用ガラス基板である請求項 1～5 のいずれか 1 項に記載のガラス基板製造方法。

【請求項 8】 請求項 1～5 のいずれか 1 項に記載の製造方法により製造されたガラス基板。

【請求項 9】 請求項 6 に記載の製造方法により製造された情報記録ディスク用ガラス基板。

【請求項 10】 請求項 7 に記載の製造方法により製造された磁気記録媒体用ガラス基板。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、情報記録ディスク用基板に特に適したガラス基板、およびその製造方法に関するものである。

【0002】

【従来の技術】近年、コンピュータの普及に伴い、ハードディスクドライブのような外部記憶装置に対しては課される要求は非常に厳しくなりつつある。特に、大容量化（即ち、高密度記録化）、アクセス速度の高速化、および小型化は、外部記憶装置に対して常に要求される事項である。

【0003】これらの要求に応えるべく、外部記憶装置を構成する部材に対して種々の改良がなされてきた。中でも、外部記憶装置において情報を記録する媒体（即ち、記録媒体）となる情報記録ディスクは、改良の対象となりやすい部材である。例えば、情報記録ディスクが磁気記録媒体である場合、情報記録ディスクの保磁力を

高めることによって高密度化による出力低下を防止でき、情報記録ディスクの強度を向上させることによって装置全体の小型化が可能となる。

【0004】情報記録ディスクの物理的性質は、その基板に大きく依存することが判っている。そして、情報記録ディスクに適した基板として、ガラス基板が注目されている。ガラス基板が情報記録ディスクに適している理由としては、1) 強度が大きいこと、2) 耐熱性が良好であること、および 3) 表面硬度が高く酸化セリウム等を使用した高精度な精密研磨が可能であるために優れた平滑性が得られることが挙げられる。これらの特性は、それぞれ、外部記憶装置の 1) 小型化、2) 保磁力の向上、および 3) 低フライングハイト化に寄与する。なお、基板の耐熱性が高い場合に保磁力が向上するのは、基板の耐熱性がより高ければ、より高い温度で磁性層の成膜を実施でき、その結果、磁性層の結晶性がより向上することによる。このような特性を有するガラス基板は情報記録媒体の基板として実用に供されているが、一方では、より強度が高く、より平滑なガラス基板が常に求められている。

【0005】そこで、例えば、ガラス基板の強度を向上させるために、研磨したガラス基板に化学強化等の強化処理を施すことが特開平 2-31325 号公報に記載されている。また、化学強化処理後のガラス基板は、その表面に化学強化処理液に由来する熔融塩が付着しているため、洗浄処理される。一般に、化学強化処理後の情報記録ディスク用ガラス基板の洗浄は、アルカリ性洗浄剤、純水、有機溶剤等を用いて行われる。特開平 2-285508 号公報には、そのような洗浄を、例えば、メカノケミカルポリッシングにより研磨したアルミノケイ酸ガラス基板について実施することが記載されている。

【0006】

【発明が解決しようとする課題】ガラス基板は、酸化セリウム等を用いた高精度な研磨が可能なものである。しかしながら、研磨されるガラス基板には、研磨剤粒子によるキズのために微細なクラック（例えば、幅 0.1～1.0 μm、深さ 1～5 nm、長さ 0.01～5 mm）が存在しており、このクラックは、研磨によっても完全に除去することはできない。かかる微細なクラックは、ガラス基板の平滑度を低下させ、また、ガラスの強度低下の原因ともなる。

【0007】さらに、研磨したガラス基板を化学強化した場合でも、必ずしも十分な強度向上効果が得られないという問題がある。

【0008】また、最近では、より高い密度で記録可能な装置が要求されている。この要求を満たすには、情報記録ディスクはより高いレベルの平滑度を有する必要がある。そのため、ガラス基板の製造工程においては、情報記録ディスク表面の突起の原因となり得るガラス基板上の異物を完全に除去する必要があるが、先に述べたよ

うな洗浄方法では、ガラス基板上の異物、例えば化学強化処理液に由来する析出溶解塩を完全に除去することは困難であり、また、上述した従来の洗浄方法だけでは、ガラス表面における、いわゆる「ヤケ」等の変質を高いレベルで十分に防止することは困難であった。

【0009】本発明は、かかる実情に鑑みてなされたものであり、高い強度と優れた平滑性を有するガラス基板を提供することを課題とするものである。

【0010】

【課題を解決するための手段】上記課題を解決するため、本発明のガラス基板の製造方法は、

- 1) 加熱軟化したガラス材料を、1対の平滑なプレス面を有する金型で加圧成形する工程、および
- 2) 加圧成形したガラス基板を、化学強化処理液に浸漬することにより化学強化する工程を含むことを特徴とする。

【0011】この方法において、所定の平滑な金型を用いたガラス材料の加圧成形は、ガラス基板の表面の平滑度を向上させ、また、加圧成形後のガラス基板表面付近におけるアルカリ金属イオンの濃度を増加させてイオン交換能を向上させる。従って、加圧成形して得たガラス基板を化学強化すれば、研磨して形成したガラス基板に比べ、より大きな強化効果が得られる。

【0012】本発明のガラス基板製造方法は、上記の工程に加えて、化学強化処理したガラス基板の表面を酸処理する工程を含むことが好ましい。酸処理は化学強化の後に実施される。酸処理によって、化学強化処理液に由来するガラス基板に析出した溶解塩を除去することができ、また、ガラス基板の変質が抑制される。

【0013】本発明のガラス基板製造方法に従って製造されるガラス基板は、優れた平滑性と高い強度を有し、かつ変質しにくいものである。従って、このガラス基板は、光ディスク、光磁気ディスクおよび磁気ディスクのような情報記録ディスクの基板に適しており、特にハードディスクドライブに組み込まれる磁気ディスクのような磁気記録媒体の基板に適している。

【0014】

【発明の実施の形態】以下、本発明の実施の形態を具体的に説明する。本発明では、加熱軟化したガラス材料を一对の平滑なプレス面を有する金型に挟んで加圧することによって、所定の厚さを有するガラス基板に成形する。本明細書において、「金型」には、①少なくとも1つのプレス面に凹部が形成され、2つの型板が組み合わされたときに目的とするガラス基板の形状に対応するキャビティを画定するもの、②プレス面が平坦であってキャビティが形成されておらず、ガラス材料を挟んで加圧することによりその厚さを小さくして目的とするガラス基板の形状とするもの、および③一方の型板に凹部が形成され、他方の型板が当該凹部に嵌入できる相補的な形状寸法を有し、一方の型板の凹部に配置したガラス材料

を他方の型板で押圧して、目的とするガラス基板の形状とするものが含まれるものとする。

【0015】加熱軟化したガラス材料には、加圧成形により、金型の平滑なプレス面の表面状態が転写される。従って、表面の平滑なガラス基板を得るためには、得ようとする表面と同等またはそれ以上の平滑度を有するプレス面をガラス材料に接触させて加圧成形を実施する必要がある。本発明においては、平滑度を示す指標として中心線平均粗さを採用する。

【0016】金型のプレス面の平滑度は、得ようとするガラス基板の用途等に応じて決定される。例えば、ガラス基板を、情報記録ディスクの基板として使用する場合には、中心線平均粗さが1nm以下であるプレス面を有する金型を使用することが好ましい。プレス面の中心線平均粗さが1nmよりも大きいと、ガラス基板の中心線平均粗さも1nmより大きくなるが、そのような基板で情報記録ディスクを構成すると、低フライングハイト化が困難であるといった不都合が生じる。

【0017】ガラス材料の加圧成形は、ガラス材料を加熱により軟化させてから実施する。ガラス材料の加熱は、加熱した金型を用いて行ってもよい、または金型以外の別の手段によって加熱してよい。加圧成形は、加圧開始後、ガラス材料を軟化した状態に維持して所定時間、例えば0.5～5分間圧力を加えた後、30℃/分の割合でガラス材料をガラス転移温度付近まで冷却し、更に、25℃/分の割合で50℃まで冷却してから、ガラス基板を金型から取り出すことによって実施する。従って、金型は、ガラス材料を加熱することができるよう、また加圧開始後、所定時間、ガラス材料を軟化した状態に維持できるよう、高温となっても変形しない材料で構成されることが好ましい。

【0018】上記の条件を満たす金型は、例えば、厚さ5～20mmの超硬合金をダイヤモンド微粒子により鏡面研磨することによって得られる。超硬合金は耐熱性に優れており、金型を構成する材料として好ましいものである。超硬合金は、例えば、タングステンカーバイド、またはクロムカーバイドを主成分とするものであってもよい。また、超硬合金の代わりにサーメットを使用してもよい。研磨面には、加圧成形時のガラスの付着防止および高熱による表面の酸化防止のために、保護膜を形成することが好ましい。保護膜は、例えば、ルテニウム合金膜または白金合金膜であればよく、その厚さは1～5μmであることが好ましい。

【0019】本発明では、軟化点が700℃以下であるガラス材料を使用することが好ましい。軟化点が700℃を超えるガラス材料を成形する場合には、加圧成形の工程において、金型を700℃よりも高い温度に加熱する必要があるが、そのような加熱は、金型の寿命を短くするという不都合をもたらす、また、エネルギー効率の点においても好ましくない。

【0020】ガラス材料は、例えば、アルミノシリケートガラス、ソーダ石灰ガラス、ソーダアルミノシリケートガラス、アルミノボロシリケートガラス、ボロシリケートガラス等であってよい。特に、アルミノシリケートガラスは化学強化処理による強化効果が大きく、また、化学強化処理の後、必要に応じて実施される酸処理による悪影響を受けにくいので好ましい。加圧成形するガラス材料は、例えば、情報記録ディスク用のガラス基板を製造する場合には、成形前には厚さ5～10mm、直径5～40mmの円筒形状であり、成形後において厚さ0.3～1.0mm、直径20～100mmとなるように加工されることが望ましい。

【0021】金型による加圧成形は、金型にガラス材料をはさみこんで、ガラス材料が軟化するまで加熱した後、圧力を加えて実施する。ガラス材料に加える圧力は20～500kg/cm²であることが好ましい。圧力が小さいと、ガラス材料が所定の厚さとならず、圧力が大きいとガラス基板にうねり又はゆがみ等が生じて成形面の平坦度が低下し、また金型に加わる負荷が大きくなるという問題が生じる。

【0022】このように加圧成形して得られるガラス基板を、例えば情報記録用ディスクの基板として使用する場合には、基板の周辺部を、例えばダイヤモンド砥石を用いてコアリングすることにより真円を確保してもよい。更に、ダイヤモンド砥石を用いてコアリングすることにより基板の中央部に円形の開口部を形成し、基板をドーナツ形状にしてもよい。基板の周辺部および中央部をともにコアリングする場合には、2つの砥石を使用して同時に実施してよい。

【0023】なお、本発明の方法に含まれる、加熱軟化したガラス材料を1対の平滑なプレス面を有する金型で加圧成形する工程は、例えば特開平2-137914号公報および特開平2-26843号公報において開示されており、当業者であれば加圧成形によりガラス基板を得る工程は、これらの公報を参照して実施することができる。

【0024】加圧成形して得たガラス基板は、一般的な研磨方法によって得たガラス基板よりも、その表面付近のアルカリ金属原子（イオン）の濃度が高いものである。そのことを、図1および図2に示す。

【0025】図1は、加圧成形後のガラス基板の表面から深さ方向に沿ったNaの濃度プロファイルである。加圧成形は、以下の条件で行った。

1) ガラス材料：軟化点690℃のアルミノシリケート系ガラス

2) 金型：中心線平均粗さが1nmである平坦なプレス面を有するタングステンカーバイト系超硬合金製金型であり、プレス面に白金合金から成る厚さ1μmの保護膜が形成されたもの

3) 成形温度および圧力：690℃、350kg/cm²

4) 成形後のガラス基板の厚さ：0.64mm

【0026】図2は、厚さ1mmのガラス基板を酸化セリウムにより研磨し、研磨剤を純水を用いてスクラブ洗浄することにより除去して得たガラス基板表面のNaの濃度プロファイルである。ガラス材料および研磨後の基板の厚さは上記加圧成形したガラス基板のそれらと同じである。いずれのガラス基板についても、Naの濃度分析は、基板表面をエッチングしながら、ATOMIKA社製の二次イオン質量分析計SIMS4500で行った。

【0027】図1からわかるように、加圧成形法により作製したガラス基板では、Naの濃度が、ガラス表面から10nmまでの領域において、他の領域よりも高くなっている。一方、図2に示すように、研磨法により作製したガラス基板表面においては、ガラス表面から2nmまでの領域においてのみNaの濃度が高くなっている。これは、ガラス基板の表面に存在するNaが洗浄により除去されたためであると考えられる。このことは、化学強化処理におけるKイオンとの交換反応において、イオン交換能の減少をもたらすと考えられる。

【0028】また、加圧成形法により作製したガラス基板におけるNaの濃度のピークは、研磨法により作製したガラス基板のそれよりも高い。このように、ガラス材料を加圧成形することにより、基板表面付近において、例えばLi、Na等のアルカリ金属原子の濃度を増加させることができる。従って、加圧成形したガラス基板は、これを化学強化する場合、特にガラス基板表面付近でのイオン交換能が高くなるため、研磨法により作製したガラス基板に比べて、より強度の大きいものとなり得る。

【0029】化学強化は、加熱により溶融した化学強化処理液にガラス基板を浸漬し、ガラス基板の表面層の金属イオンを化学強化処理液中の金属イオンでイオン交換させる方法、即ち、イオン交換法によって行う。イオン交換法には、低温型イオン交換法および高温型イオン交換法がある。エネルギー効率およびガラス表面が受けるダメージを考慮すれば、本発明では低温型イオン交換法を採用することが好ましい。低温型イオン交換法では、ガラス材料を、そのガラス転移温度(Tg)以下の温度領域にある化学強化処理液に浸漬し、ガラス基板の表面付近のアルカリイオン、例えばLi⁺またはNa⁺を、それよりもイオン半径の大きいアルカリイオン、例えばNa⁺またはK⁺と置換し、イオン交換した部分の容積増加によってガラス表面に強い圧縮応力を発生させてガラス表面を強化する。

【0030】化学強化処理液としては、硝酸カリウム(KNO₃)、硝酸ナトリウム(NaNO₃)、炭酸カリウム(K₂CO₃)などの溶融塩や、これらの塩を混合したもの(例えばKNO₃+NaNO₃、KNO₃+K₂CO₃など)の溶融塩を用いることができる。

【0031】化学強化処理液の温度は、イオン交換を促進するためには高温であることが好ましいが、ガラス基

板の変形を防止するため、処理するガラス材料のガラス転移点以下とすることが好ましい。例えば、ガラス転移点が450～800℃であるガラス材料からなるガラス基板を処理する場合、化学強化処理液の温度は、350℃～700℃、特に350℃～450℃であることが好ましい。

【0032】浸漬時間は、0.5～20時間であることが望ましい。0.5時間以下では化学強化の効果を十分に得ることができず、20時間以上では、ガラス基板の表面が荒れて平滑度が低下する。

【0033】化学強化する際には、ガラス基板の割れやヒビを防止するため、また化学強化処理液中の溶融塩がガラス基板表面において結晶化することを防止するため、ガラス基板を化学強化処理液に浸漬する前にガラス基板を200℃～350℃に予熱しておくことが望ましい。

【0034】化学強化処理液に浸漬中、ガラス基板の表面全体を均一に化学強化するため、ガラス基板を端面で保持、即ち、基板の厚さ方向の面を複数箇所で支持して実質的に鉛直方向に沿って立てた状態で、主表面において処理液と接触しない部分ができるだけ存在しないようにすることが望ましい。

【0035】化学強化が終了した後、ガラス基板は化学強化処理液から引き上げられ、冷却される。ガラス基板は、冷却時にガラス基板において熱歪の発生を抑えることができるように、徐冷することが望ましい。徐冷は、ガラス基板を空气中に放置することによって実施できる。また、徐冷は、ヒートショックテスト（不良品識別）を兼ねた急冷を続けて実施できるよう、ガラス基板が400～200℃になるまで行うことが好ましい。ヒートショックテストを兼ねた急冷は、好ましくは100℃～0℃、より好ましくは40℃～10℃の冷媒に接触させて行うことが好ましい。ガラス基板は、徐冷によってのみ冷却してもよい。

【0036】化学強化した後のガラス基板を、更に酸処理液に浸漬して酸処理することが好ましく、それによりガラス基板表面の変質を高いレベルで防止できる。酸処理により、ガラス基板表面の変質が防止される理由としては、化学強化したガラス基板表面に存在する非架橋の Si-O-Na の Na^+ が、酸によってヒドロニウムイオンとイオン交換され、更に脱水によってシラノール基が形成された後、そのシラノール基が脱水されて、ガラス表面で Si-O を繰り返し単位とする架橋が形成されることが挙げられる。ガラス基板表面に存在する Si-O-Na は、アルカリ溶出によるヤケの原因になると考えられるが、酸処理によって形成された当該架橋は、そのような溶出を有効に防止するものと推定される。ただし、この推定によって本発明が拘束されることはなく、本発明は何ら影響を受けない。

【0037】酸処理は、例えば濃硫酸（例えば、濃度 9

6%以上の濃硫酸）、硫酸、リン酸水溶液、硝酸、塩酸またはフッ酸等の酸水溶液、またはこれらの混合物を酸処理液とし、これにガラス基板を浸漬して行う。酸の濃度は、ガラス基板表面に析出した溶融塩を除去でき、また、ガラス表面の変質を有効に防止できる濃度となるように決定する。使用する酸によって最適濃度は異なるが、例えば硫酸を用いる場合は50wt%以上であることが好ましく、95wt%以上であることがより好ましい。酸処理液には、硫酸塩（例えば硝酸カリウム）、リン酸塩、硝酸塩、金属塩化物または金属元素のフッ化物が含まれていてもよい。

【0038】酸処理中、処理液の温度は40℃～ガラス転移点の範囲内にあることが好ましく、100℃～300℃程度であることが好ましい。処理液の温度が低いと、ガラス表面で Si-O の架橋化が進行しないためガラス表面が変質しやすくなる。また、処理液の温度が高すぎる場合には、化学強化処理によって Li^+ または Na^+ イオンとイオン交換された Na^+ または K^+ イオンが基板内部に移動し、それにより収縮応力が低下してガラス基板の強度が低下するおそれがある。

【0039】酸処理を実施する時間は、酸処理液の種類および温度ならびにガラス材料に応じて適宜決定する必要がある。例えば、150～200℃に加熱された熱濃硫酸による処理時間は、1分～2時間程度が好ましい。処理時間が1分以下では、酸処理の効果を十分に得ることができず、処理時間が2時間を超えると、ガラス基板の表面が荒れて平滑度が低下するおそれがある。

【0040】酸処理は、超音波振動を与えながら実施してよい。超音波振動を与えると、ガラス基板表面に析出した溶融塩をより速やかに除去でき、また溶融塩の残留をより少なくすることができ、好都合である。

【0041】上記の酸処理の後には、市販の洗浄剤（例えば中性洗剤、界面活性剤、アルカリ性洗浄剤）による洗浄、スクラブ洗浄、純水洗浄および溶剤洗浄等の公知の洗浄処理を一または複数、行ってよい。いずれの洗浄も、加熱および/または超音波振動の付与を伴うものであってもよい。酸処理後または洗浄処理後のガラス基板は、溶剤蒸気乾燥または遠心分離乾燥等によって乾燥してよい。

【0042】このようにして製造されるガラス基板は、高い強度と平滑度が要求される情報記録ディスクの基板として有用である。情報記録ディスクには、例えば、光ディスク、光磁気ディスクおよび磁気ディスク等が含まれるが、本発明のガラス基板は、ハードディスクと呼ばれる磁気記録媒体の基板として特に有用なものである。また、本発明の製造方法によって得られるガラス基板は、光学材料、建築材料および機械部品等にも適用することができる。

【0043】

【実施例】以下、本発明のガラス基板の製造方法を実施

例により具体的に説明する。

【0044】＜実施例1＞本実施例においては、磁気ディスク用ガラス基板を、(1)加圧成形工程、(2)化学強化工程、(3)酸処理工程、および(4)洗浄工程を経て製造した。各工程における加工または処理条件は次のとおりである。

【0045】(1)加圧成形工程

基板材料として、軟化点 690°C のアルミナシリケート系ガラスから成る円筒形状のガラス材料を用意した。また、加圧成形用の金型として、タングステンカーバイド系の超硬合金から成る金型を1対用意した。この金型のプレス面は平坦であり(即ち、凹部が形成されておらず)、研磨により鏡面加工された面に保護膜として白金合金が厚さ $1\mu\text{m}$ となるようにスパッタリングされ、中心線平均粗さが 1nm の表面を有するものであった。加圧成形は、金型のプレス面にガラス材料を挟み、 690°C まで加熱した後、 $350\text{kg}/\text{cm}^2$ の圧力を加え、ガラス材料が所定の厚さとなるまで行った。加圧時間は約1分であった。加圧成形後、冷却し、厚さ 0.64mm 、直径 84mm の磁気ディスク用基板を得た。

【0046】(2)化学強化工程

上記加圧成形工程を終えたガラス基板を化学強化した。化学強化処理液として、硝酸カリウムを 400°C に加熱溶解したものを用意した。また、化学強化処理液に浸漬する前に、ガラス基板を 350°C で1時間予熱した。化学強化は、予熱したガラス基板を化学強化処理液に約4時間浸漬して行った。浸漬の際には、ガラス基板をその端面で保持し、ガラス表面が均一に処理されるようにした。化学強化を終えたガラス基板を空气中で 200°C まで徐冷した後、 20°C の水槽に浸漬して急冷し、約20分間放置した。なお、急冷によりガラス基板にひび等が入ることはなかった。

【0047】(3)酸処理工程

化学強化したガラス基板を酸処理した。酸処理は、約 180°C に加熱した濃度 $96\text{wt}\%$ の熱濃硫酸にガラス基板を15分間浸漬して行った。

【0048】(4)洗浄処理工程

酸処理後、ガラス基板を、スクラブ洗浄、純水洗浄、アルカリ性洗剤洗浄、純水洗浄、およびIPA(イソプロピルアルコール)洗浄し、最後にIPA蒸気乾燥を行った。各洗浄工程においては、ガラス基板に超音波(周波数 43kHz)印加した。

【0049】＜比較例1、2＞上記の工程のうち酸処理を省略して作製したガラス基板を比較例1として用意した。また、実施例1で使用したのと同じガラスから成

る厚さ 1mm のガラス板を研磨した後、純水により洗浄して、厚さを 0.64mm とし、これを直径 84mm の円となるようにカットしてガラス基板を作製し、これを実施例1の(2)～(4)の工程に付したものを、比較例2として用意した。

【0050】＜表面状態＞実施例1のガラス基板表面について、原子間力顕微鏡を用いて $10\mu\text{m}\times 10\mu\text{m}$ の範囲内で表面粗さを測定したところ、中心線平均粗さは 1.0nm であり、金型のプレス面の表面粗さと同じであった。また、上記(1)～(4)の工程を経て作製したガラス基板10枚の表面を光学顕微鏡で検査したところ、析出溶解塩およびアルカリ溶出によるヤケはともに観察されなかった。一方、酸処理を省略した比較例1のガラス基板について表面を同様に検査したところ、1枚あたり平均1.5個の異物が観察され、アルカリ溶出によるヤケも観察された。また、比較例2のガラス基板について表面を同様に検査したところ、微細なクラックが観察された。

【0051】＜強度＞実施例1のガラス基板の抗折強度をリング曲げ試験法により試料数10で測定した。リング曲げ試験は、受リング(r (半径) $=20\text{mm}$)上にガラス基板を載置し、押しリング($r=15\text{mm}$)で押圧し、ガラス基板が割れたときの荷重を測定して行った。ガラス基板が割れたときの荷重、即ち、抗折強度は、実施例1については平均 230kgf であり、そのバラツキは標準偏差で 5kgf であった。これに対し、比較例2のガラス基板の抗折強度は平均 205kgf であり、そのバラツキは標準偏差で 17kgf であった。この結果より、本発明の製造方法によれば、抗折強度の高いガラス基板が得られ、また同様の手順で作製した基板の個体間のバラツキを小さくし得ることが判った。なお、上記実施例では、熱濃硫酸による処理例を示したが、リン酸および硝酸を使用した場合にも同様の効果が確認された。

【0052】

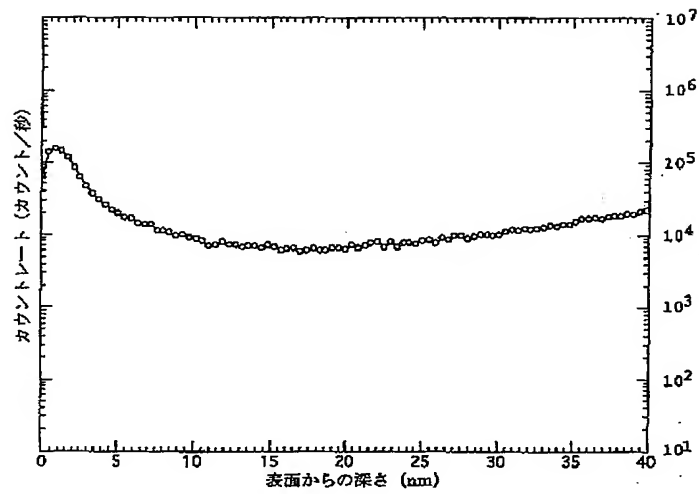
【発明の効果】以上説明したように、加圧成形工程と化学強化工程とを含む本発明のガラス基板の製造方法によれば、微細なクラックが存在しない、強度の高い平滑なガラスを安定的に得ることができる。更に、酸処理を実施することによって、表面異物が殆どなく、ヤケ等の変質が生じにくい品質の高いガラス基板が得られる。

【図面の簡単な説明】

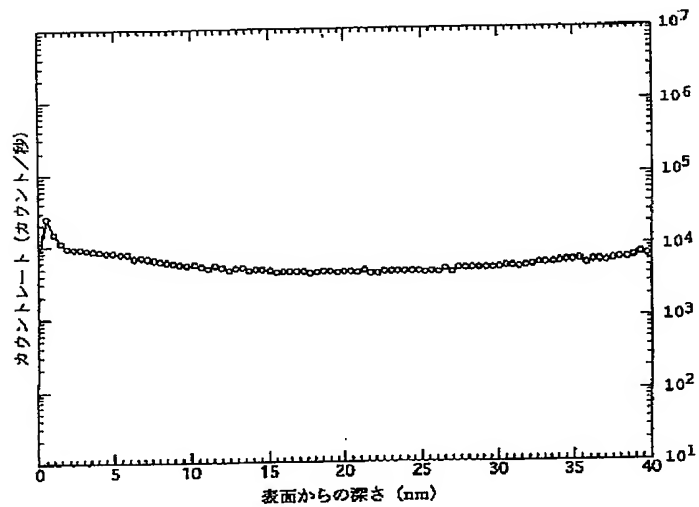
【図1】 加圧成形して得たガラス基板の表面付近のNaの濃度プロファイルを示すグラフである。

【図2】 研磨して得たガラス基板の表面付近のNaの濃度プロファイルを示すグラフである。

【図1】



【図2】



フロントページの続き

(72)発明者 奥山 富士夫
大阪府門真市大字門真1006番地 松下電器
産業株式会社内

(72)発明者 伊藤 健太
大阪府門真市大字門真1006番地 松下電器
産業株式会社内

Fターム(参考) 4G059 AA09 AC18 HB02 HB25 HB26
5D112 AA02 BA03 BA10 GA26 GA30